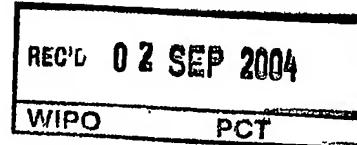


ROYAUME DE BELGIQUE



Il est certifié que les annexes à la présente sont la copie fidèle de documents accompagnant une demande de brevet d'invention tels que déposée en Belgique suivant les mentions figurant au procès-verbal de dépôt ci-joint.

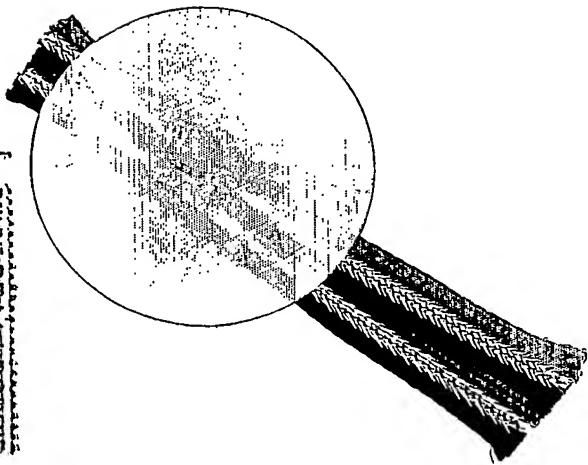
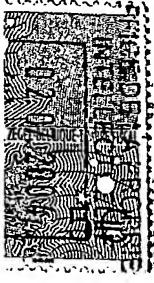
Bruxelles, le -2. -7 - 2004

Pour le Directeur de l'Office
de la Propriété industrielle

Le fonctionnaire délégué,

A handwritten signature in black ink, appearing to read "BAILLEUX G." followed by a surname.

BAILLEUX G.
Général ~~expatrié~~



**PRIORITY
DOCUMENT**

SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

SERVICE PUBLIC FEDERAL
ECONOMIE/P.M.E..
CLASSES MOYENNES & ENERGIE

PROCES-VERBAL DE DEPOT D'UNE
DEMANDE BREVET D'INVENTION

Régulation et
Organisation des marchés

N° 2003/0401

Office de la Propriété Intellectuelle

Aujourd'hui, le 11/07/2003 à Bruxelles, 10 heures 20 minutes

En dehors des heures d'ouverture de bureau de dépôt, l'OFFICE DE LA PROPRIETE INTELLECTUELLE a reçu un envoi postal contenant une demande en vue d'obtenir un brevet d'invention relatif à PROCEDE DE DESHYDRATATION DE BOUES ET SOUES AINSI DESHYDRATEES.

Introduite par CLAEYS Pierre

Présent pour : "S.A. LHOIST RECHERCHE ET DEVELOPPEMENT"
rue Charles Dubois, 28
1342 OTTIGNIES-LOUVAIN-LA-NEUVE

tant que mandataire agréé
 avocat
 établissement effectif du demandeur
 le demandeur

La demande, telle que déposée, contient les documents nécessaires pour obtenir une date de dépôt conformément à l'article 16, § 1er de la loi du 28 mars 1984.

Le fonctionnaire délégué,

S. DRISQUE

Bruxelles, le 11/07/2003

"Procédé de déshydratation de boues et boues ainsi déshydratées"

La présente invention est relative à un procédé de déshydratation de boues, comprenant

- une addition d'un agent basique à des boues présentant un pH égal ou inférieur à 8,
- une addition aux boues d'au moins un composant organique floculant,
- par l'addition de l'agent basique susdit, une augmentation de pH des boues à une valeur inférieure à un pH à partir duquel a lieu une dégradation dudit au moins un composant organique,
- 10 - une floculation des boues, et
- une séparation dans les boues floculées entre des boues déshydratées et une phase liquide, et aux boues ainsi déshydratées.

Par boues, il faut entendre au sens de la présente invention, toutes les boues, dont le pH initial est inférieur ou égal à 8, telles que, par exemple, les boues de station d'épuration des eaux urbaines et des industries agroalimentaires. On peut aussi envisager des boues de dragage ainsi que d'autres boues éventuellement plus acides.

D'une manière générale, ces boues sont, au cours de leur traitement, tout d'abord décantées avant d'être épaissees. On les soumet ensuite à une floculation, suivie d'une déshydratation, réalisée, dans la plupart des cas, au moyen d'un filtre à bandes, d'un filtre-presse ou d'un décanteur centrifuge, en présence ou non de chauffage. Outre la réduction de volume, l'objet de ce traitement est de faciliter la manipulation, le stockage et le transport de ces boues.

La déshydratation des boues au moyen de floculants est bien connue. On a aussi déjà prévu, par exemple pour le traitement de boues de pêcheries, d'associer au floculant un agent assistant la floculation, qui est un composé de calcium soluble dans l'eau (voir par exemple JP-A-4-40286). On utilise, à titre de composé de calcium, soit des composés fortement basiques du type chaux, soit des sels de calcium comme des halogénures, du nitrate, de l'acétate. L'objectif recherché est une eau épurée résultant du traitement des boues.

On connaît aussi un procédé de déshydratation de boues dans lequel on prévoit, après le traitement de la boue par un floculant polymère, d'ajuster le pH à une valeur comprise entre 9 et 12 par addition d'oxyde ou d'hydroxyde de calcium ou de magnésium (voir US-A-4.675.114). Ce procédé nécessite en outre l'addition à la boue de formaldéhyde, qui est un produit toxique reconnu qui pose des problèmes d'environnement.

Tous ces procédés antérieurs, qui utilisent préférentiellement de la chaux pour aider à la floculation, nécessitent que l'élévation de pH soit suffisamment maîtrisée de manière à éviter toute dégradation trop rapide du floculant qui devient inactif aux pH très basiques. Certains procédés prévoient même une neutralisation pendant le procédé, avec ses conséquences sur le coût et sur la quantité d'eau à éliminer lors de la filtration.

Pour parvenir à cette maîtrise, on a prévu un procédé tel qu'indiqué au début, dans lequel on fait usage, comme agent basique, d'un composé calcique fortement basique qu'on a traité pour retarder la montée du pH du milieu dès l'addition de ce composé jusqu'à la fin de la floculation; le pH pouvant ensuite poursuivre cette montée dans les boues, de préférence même après déshydratation des boues traitées (voir WO-00/4527).

Toutefois, pour retarder la montée du pH, l'agent calcique doit subir des traitements préalables, par exemple :

- l'augmentation de la taille moyenne des grains de l'additif calcique, en particulier pour éviter la présence de particules inférieures à 50 µm, ce qui impose une opération de défillerisation ou d'agglomération,
- l'addition d'un composé organique pour retarder la dissolution du composé calcique,
- la surcuissage du composé calcique qui devient ainsi moins réactif.

Ces opérations préalables sont coûteuses et dans certains cas introduisent des additifs étrangers dans les boues. De plus, le pH n'est malgré tout maintenu dans un intervalle compatible avec l'utilisation d'un floculant quel pendant un temps court (quelques minutes), ce qui rend difficile l'opération de filtration avant la fin de ce délai.

La présente invention a pour but de porter remède aux inconvénients précités et de mettre au point un procédé de déshydratation de boues aisée et permettant l'obtention de boues présentant des propriétés d'usage favorables, telles qu'une bonne tenue en tas, une pelletabilité, etc. Les boues obtenues doivent de préférence présenter des teneurs en matière sèche élevées, tout en faisant usage des floculants habituellement utilisés pour la flocculation des boues.

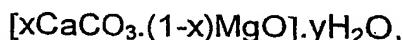
Pour résoudre ces problèmes, on a prévu, suivant l'invention, un procédé tel que décrit au début, dans lequel l'agent basique susdit est un composé calcaro-magnésien et les boues traitées présentent, jusqu'après ladite séparation, ladite valeur inférieure à un pH à partir duquel a lieu une dégradation dudit au moins un composant organique.

L'avantage particulier de ce procédé est que l'étape de séparation, c'est-à-dire de déshydratation, ne se voit pas imposer de contrainte de temps.

Il est apparu par ailleurs, d'une manière inattendue, qu'il était possible d'obtenir, par l'addition du composé calcaro-magnésien suivant l'invention, à la fois un taux en matières sèches étonnamment

élevé des boues déshydratées et à la fois une montée en pH douce et régulière jusqu'à un pH maximal qui reste en deçà du pH où les floculants usuels pour la flocculation des boues perdent leur activité, en particulier un pH inférieur ou égal à 10. Les opérations de décantation, 5 de filtration, de pressage et/ou de centrifugation peuvent être prises sans se presser et risquer d'atteindre un pH trop élevé. Les boues déshydratées selon le procédé suivant l'invention peuvent atteindre des taux de matière sèche supérieurs à 75 % en poids, avantageusement de 10 80 % en poids et même jusqu'à 90 % en poids et davantage. Il faut noter 15 en outre que les boues continuent à présenter le pH existant au moment de la séparation.

Suivant une forme de réalisation de l'invention, le composé calcaro-magnésien répond à la formule



15 dans laquelle
x est différent de 0, et
y a une valeur qui varie de 0 à (1-x).

Préférentiellement, le composé calcaro-magnésien est ce que l'on appelle une dolomie semi-calcinée, de formule CaCO_3MgO , où 20 la composante MgO peut être partiellement ou totalement hydratée. Cette dolomie semi-calcinée peut être obtenue par cuisson ménagée d'un carbonate double de calcium et de magnésium, dans des conditions telles que le contenu résiduel massique en CaO soit inférieur à 5 % et celui en MgCO_3 soit inférieur à 10 %. La taille des particules de la 25 dolomie semi-calcinée utilisée est de préférence inférieure ou égale à 5 mm. Ce composé est mélangé à la boue avant, simultanément ou après le floculant. Il est bien entendu qu'un tel composé peut contenir, selon son origine minérale, quelques impuretés, telles que par exemple de la silice.

30 En cas d'utilisation de dolomie semi-calcinée non hydratée, cet agent basique présente en outre, en plus d'être un ajout de matière

sèche et d'aider à la flocculation et à la filtrabilité des boues, l'avantage de provoquer un assèchement partiel des boues par réaction de la composante MgO avec l'eau.

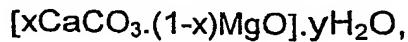
L'ajout du composé calcaro-magnésien à la boue selon 5 l'invention permet non seulement de rallonger très significativement le temps de contact de l'agent basique avec le flocculant sans le dénaturer, mais aussi, de façon inattendue, d'atteindre des rendements de séchage très supérieurs à ceux obtenus par les solutions actuellement connues, de surcroît avec un composé qui ne nécessite aucune opération 10 d'agglomération ou de défillerisation. La taille des grains de la dolomie semi-calcinée n'est en aucune façon critique dans le procédé suivant l'invention.

Suivant une forme préférée de réalisation de l'invention, le procédé comprend, après ladite séparation, une incinération des boues 15 déshydratées.

D'autres modes de réalisation du procédé suivant l'invention sont indiqués dans les revendications annexées.

La présente invention concerne aussi une utilisation d'un composé calcaro-magnésien répondant à la formule

20



où x est différent de 0 et y a une valeur qui varie de 0 à (1-x), pour le traitement et la déshydratation de boues présentant un pH égal 25 ou inférieur à 8.

L'invention concerne également des boues déshydratées, comportant une teneur en composé calcaro-magnésien répondant à la formule $[x\text{CaCO}_3.(1-x)\text{MgO}].y\text{H}_2\text{O}$, où x est différent de 0 et y a une valeur qui varie de 0 à (1-x), et présentant 30 un pH supérieur à 8 et égal ou inférieur à 10. Ces boues comportent

avantageusement au moins 15 % en poids du composé calcaro-magnésien par rapport à la matière sèche de la boue avant déshydratation.

L'invention va à présent être expliquée de manière plus 5 détaillée à l'aide des exemples non limitatifs donnés ci-après.

Exemple 1

Un échantillon de boue épaissie présentant une teneur en matière sèche d'environ 3 % a été traité avec trois réactifs différents, à savoir deux composés calciques -une chaux vive défillérisée par tamisage à 100 µm et une chaux vive surcuite- et une dolomie semi-calcinée ($d_{50} = 25-30 \mu\text{m}$), selon la présente invention. Le même mode opératoire a été suivi dans les trois cas.

On introduit dans un récipient d'un litre une quantité de boue épaissie correspondant à 5 g de matière sèche. A cet échantillon, 15 on ajoute 1,5 g d'additif; le mélange est alors agité au moyen d'un barreau magnétique et le pH de la solution est enregistré toutes les 5 secondes. L'évolution du pH dans chacun des cas apparaît à la Figure.

La Figure annexée est un graphique représentant l'évolution du pH en fonction du temps lors du conditionnement de boues 20 par

- une chaux vive défillérisée (courbe A)
- une chaux vive surcuite (courbe B)
- une dolomie semi-calcinée suivant l'invention (courbe C).

On constate que seule l'utilisation de la dolomie semi-calcinée, selon l'invention, n'élève pas le pH à une valeur supérieure à 25 9,5 au-delà de 5 minutes. Cette valeur de pH est maintenue constante pendant au moins ½ heure, ce qui autorise un délai important entre l'addition du réactif et l'opération de déshydratation.

Exemple 2

30 Une boue de station d'épuration urbaine après décantation primaire a une teneur en matière sèche d'environ 3%. Cette boue, après

flocculation avec un floculant cationique, du type polyacrylamide, et déshydratation sur filtre-presse sécheur, présente une teneur en matière sèche ou siccité après traitement de 64 %.

La même boue, traitée dans des conditions identiques avec 5 ajout de 25 % de dolomie semi-calcinée (par rapport à la matière sèche de la boue) après la déshydratation, présente une siccité de 80 %.

Enfin, la boue est flokulée dans les mêmes conditions que décrites ci-dessus; mais en présence de 25 % de dolomie semi-calcinée, avant déshydratation. Cette boue, après déshydratation sur filtre-presse 10 sécheur, atteint une siccité de 97 %.

On constate donc que, de manière inattendue, l'addition du composé calcaro-magnésien suivant l'invention améliore très nettement les rendements en siccité des boues traitées par rapport à une simple addition de floculant. Par ailleurs la même quantité de dolomie semi-15 calcinée, ajoutée avant déshydratation en présence de floculant, aboutit à une amélioration très significative du taux de siccité par rapport à l'addition ultérieure à la déshydratation. On doit aussi signaler que l'étape de mélange des réactifs/flocculation de la boue peut atteindre, dans le cas présent, jusqu'à une heure et demie, ce qui est exclu lors de l'utilisation 20 de chaux, et même de réactifs calciques traités pour ralentir la montée du pH comme ceux utilisés ci-dessus.

La co-addition de dolomie semi-calcinée avant la déshydratation de la boue présente non seulement l'avantage d'améliorer la siccité par rapport au procédé d'addition après 25 déshydratation, avec les mêmes quantités de ce réactif, mais elle simplifie aussi la conduite du procédé. En effet, le mélange des deux additifs (floculant et réactif) est réalisé en une seule étape, tandis que l'opération d'addition après déshydratation nécessite une seconde étape de mélange qui, de surcroît, est plus difficile à réaliser, compte tenu de la 30 teneur réduite en eau après déshydratation.

- 8 -

Il doit être entendu que la présente invention n'est en aucune façon limitée aux modes de réalisation décrits ci-dessus et que bien des modifications peuvent y être apportées sans sortir du cadre des revendications annexées.

REVENDICATIONS

1. Procédé de déshydratation de boues, comprenant
 - une addition d'un agent basique à des boues présentant un pH égal ou inférieur à 8,
 - 5 – une addition aux boues d'au moins un composant organique floculant, – par l'addition de l'agent basique susdit, une augmentation de pH des boues à une valeur inférieure à un pH à partir duquel a lieu une dégradation dudit au moins un composant organique,
 - une floculation des boues, et
 - 10 – une séparation dans les boues floculées entre des boues déshydratées et une phase liquide, caractérisé en ce que l'agent basique susdit est un composé calcaro-magnésien et en ce que les boues traitées présentent, jusqu'après ladite séparation, ladite valeur inférieure à un pH à partir duquel a lieu une dégradation dudit au moins un composant organique.
2. Procédé suivant la revendication 1, caractérisé en ce que le composé calcaro-magnésien répond à la formule
$$[x\text{CaCO}_3.(1-x)\text{MgO}].y\text{H}_2\text{O},$$
dans laquelle
 - 20 x est différent de 0, et
 - y a une valeur qui varie de 0 à (1-x).
3. Procédé suivant la revendication 2, caractérisé en ce que x a une valeur de 0,1 à 0,75, de préférence de 0,2 à 0,6.
4. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 3, caractérisé en ce que le composé calcaro-magnésien est une dolomie semi-calcinée, comportant une composante MgO, éventuellement partiellement ou totalement hydratée.
5. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 4, caractérisé en ce qu'il comprend une augmentation de pH à une valeur au maximum égale à 10.

- 10 -

6. Procédé suivant l'une des revendications 1 à 6, caractérisé en ce que l'addition du composé calcaro-magnésien a lieu préalablement, simultanément et/ou après l'addition dudit au moins un composant organique floculant.

5 7. Procédé suivant la revendication 6, caractérisé en ce que l'addition du composé calcaro-magnésien a lieu avant l'étape de séparation susdite.

10 8. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 7, caractérisé en ce qu'il comprend, après ladite séparation, une incinération des boues déshydratées.

9. Procédé suivant l'une quelconque des revendications 1 à 8, caractérisé en ce que les boues à conditionner sont choisies parmi le groupe comprenant des boues d'épuration des eaux, des boues de dragage et des boues acides.

15 10. Utilisation d'un composé calcaro-magnésien répondant à la formule $[xCaCO_3.(1-x)MgO].yH_2O$, où x est différent de 0 et y a une valeur qui varie de 0 à (1-x), pour le traitement et la déshydratation de boues présentant un pH égal ou inférieur à 8.

20 11. Boues déshydratées, comportant une teneur en composé calcaro-magnésien répondant à la formule $[xCaCO_3.(1-x)MgO].yH_2O$, où x est différent de 0 et y a une valeur qui varie de 0 à (1-x), et présentant un pH supérieur à 8 et égal ou inférieur à 10.

25 12. Boues déshydratées suivant la revendication 11, comportant au moins 15 % en poids du composé calcaro-magnésien par rapport à la matière sèche de la boue avant déshydratation.

2003/0401

11 -

